

苯甲酸、山梨酸、糖精钠液相色谱检测方法

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽 合肥 230088)

摘要: 本案例以甲醇和乙酸铵为流动相, 使用 C18 色谱柱进行分离, 使用超高效液相色谱, 利用紫外检测器检测苯甲酸、山梨酸、糖精钠。

关键词: 超高效液相色谱法;检测方法;苯甲酸;山梨酸;糖精钠

1 实验目的

在 LC3100 高效液相色谱系统上重现关于国标中对食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的检测方法。

2 实验原理

根据国标方法, 重现并优化器色谱条件

3 实验材料、试剂耗材及仪器设备

3.1 实验材料

苯甲酸、山梨酸和糖精钠的标准品, 浓度为: 0.1mg/ml

3.2 试剂耗材

甲醇 (色谱纯); 乙酸铵 (分析纯); 超纯水

3.3 仪器设备

LC3100 液相色谱系统 (带紫外检测器); 超纯水机

4 实验方法及步骤

4.1 试剂及工作液配制

4.1.1 乙酸铵溶液: 取适量的乙酸铵, 减压干燥 2 小时以上。称取 1.54g 干燥后的乙酸铵, 加水溶解并稀释到 1000ml, 过滤。

4.1.2 流动相: 甲醇和乙酸铵溶液 (4.1.1) 按照 5: 95 的比例, 配制成 500ml 的溶液, 过滤, 超声脱气。

4.1.3 5%甲醇水溶液: 量取 25ml 甲醇放于 500ml 容量瓶中, 加水稀释至 500ml。

4.2 色谱条件

色谱柱: Agilent TC-C18(2) 4.6*250mm, 5um

柱温: 室温

流动相: 同 4.1.2

流速: 1.5ml/min

波长: 230nm

进样量: 10ul

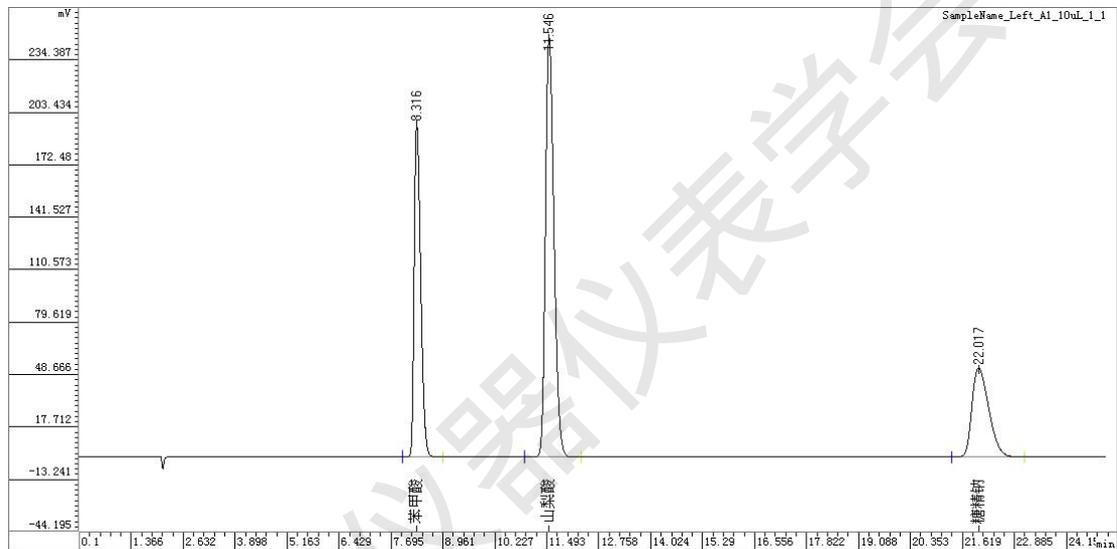
4.3 实验步骤:

4.3.1 色谱柱过渡: 用 5%甲醇水溶液 (4.1.3) 冲洗色谱柱至少 30min, 制止基线齐平。

4.3.2 换用流动相 (4.1.2) 平衡色谱柱, 直至基线稳定。

4.3.3 设置好自动进样器的进样程序, 将 10ul 标准品溶液注入液相色谱仪系统, 开始分析。

5 实验数据



苯甲酸、山梨酸和糖精钠谱图

分析结果表

时间	名称	峰面积	峰高	有效塔板	对称度	拖尾因子	分离度
8.32	苯甲酸	2163202	196459	12707	0.541	1.456	9.522
11.55	山梨酸	3590278	247812	14209	0.658	1.281	18.359
22.02	糖精钠	1492032	52563	13530	0.569	1.408	0
总计:		7245512	496834				

6 实验结论及分析

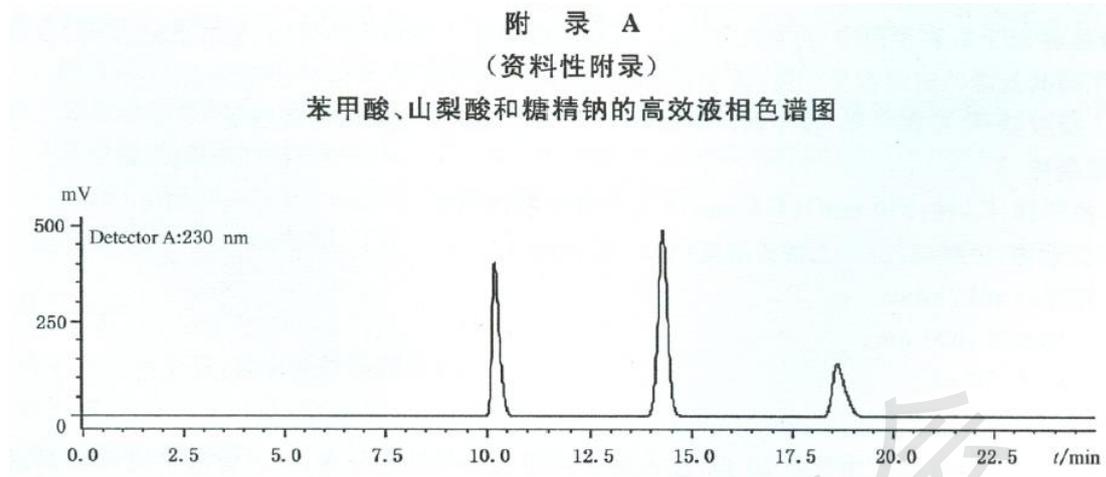
实验结果表明, 在 LC3100 液相色谱系统上能完全重现出上述三种物质的分析方法, 分离度好, 峰形良好, 能较好的完成方法移植。

参考文献:

[1] GB/T 23495-2009 《食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》

附录

1 国标色谱图参考



2 LC3100 系统报告

WAYEE

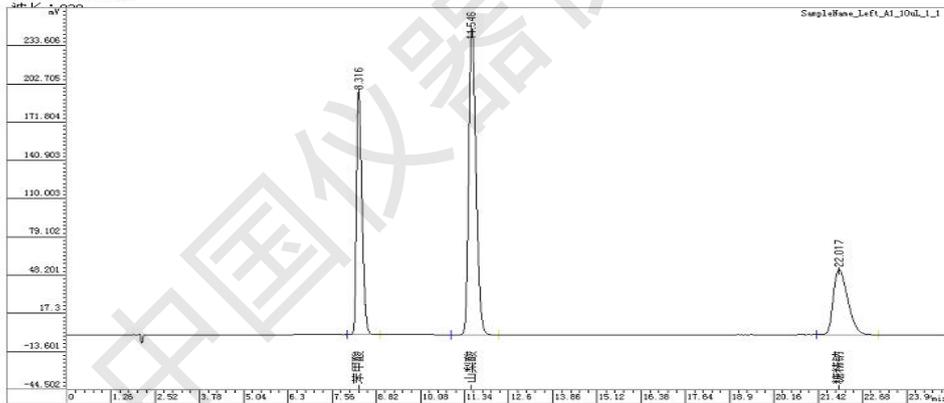
Chromatography Report

苯甲酸 山梨酸 糖精钠

文件路径: 应用测试\苯甲酸山梨酸糖精钠\20120813\
实验时间: 2012-8-13 15:54:39
报告时间: 2012-8-21 10:45:30
实验员: Admin

色谱柱: Agilent IC-C18 (2) 4.6*250mm 5um
柱温: RT
流速: 1.5ml/min

流动相: 甲醇-乙酸铵溶液=95-5
样品: 苯甲酸、山梨酸、糖精钠 0.1mg/mL
进样量: 10ul



分析结果表

时间	名称	峰面积	峰高	有效塔板	对称度	拖尾因子	分离度
8.32	苯甲酸	2163202	198459	12707	0.541	1.456	9.522
11.55	山梨酸	3590278	247812	14209	0.858	1.281	18.359
22.02	糖精钠	1492032	52563	13530	0.569	1.408	0
总计:		7245512	496634				